УДК 621.384.8:621.762

ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ АВТОМАТИЗИРОВАННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПРОЦЕССОВ ПОВЕРХНОСТНОЙ ТЕРМОДЕСОРБЦИИ МЕТОДОМИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

В.А. Власов, А.Д. Побережников, Д.В. Савостиков

Томский политехнический университет
E-mail: savostikov@phtd.tpu.edu.ru

Описывается программное обеспечение для автоматизированного масс-спектрометрического комплекса, позволяющее проводить исследования температурно-программированной десорбции газов с поверхности твердого тела в полуавтоматическом режиме, управлять процессами калибровки масс-спектрометрического комплекса.

Все большее применение в различных областях науки и техники находят материалы на основе ультрадисперсных (нано-) порошков (УДП). Одной из основных характеристик УДП является их газонасыщенность. Поэтому актуальным является определение количественно-качественного состава адсорбированных в УДП газов. Одним из информативных методов исследования газосодержания в неорганических материалах является метод термодесорбции с применением масс-спектрометрической техники. С этой целью нами создан автоматизированный диагностический масс-спектрометрический комплекс (АДМСК) на базе радиочастотного масс-спектрометра МХ-7203 [1].

АДМСК включает в себя: экстракционный блок и программируемый регулятор температуры, масс-спектрометр, систему автоматической обработки информации.

АДМСК позволяет:

- проводить автоматизированный количественный анализ с точностью до 10^{-3} % газового содержания в порошках неорганических материалов с темпом нагрева от 5 до 20 град/мин;
- регистрировать амплитуду пиков масс-спектра и одновременно вычислять концентрации до 10-и анализируемых газов;
- изучать кинетику термодесорбции газов из порошков неорганических материалов в интервале температур 20…1200 °С.

Система автоматической обработки информации создана нами на основе ПЭВМ с программным обеспечением "Спектрграф".

В процессе разработки программного обеспечения решались следующие задачи:

– калибровка масс-спектрометра по заданному количеству калибровочных смесей;
– количественный анализ газов, выделяющихся при нагреве образцов в вакууме, по предварительному их выбору в меню программы;
– формирование базы данных с результатами исследований;
– построение графических зависимостей концентрации десорбируемых газов от температуры или времени нагрева образца;
– построение масс-спектров газов по экспериментальным данным.

Программа "Спектрграф" предназначена для снятия данных с масс-спектрометра МХ-7203 в режиме реального времени и их дальнейшей обработки [2]. Она позволяет управлять процессами калибровки масс-спектрометра и непосредственно экспериментом в полуавтоматическом режиме: снимать информацию с цифрового вольтметра Ф283М1, устанавливать массовое число, управлять клапанами калибровочного объема.

Количественное содержание каждой компоненты смеси газов определяется как:

$$C_i = \frac{100 \cdot S_k \cdot A_{AB}}{M},$$

где S_k – калибровочное значение чувствительности масс-спектрометра к k-му компоненту газовой смеси; M – масса навески образца УДП; A_{AB} – площадь под кинетической кривой k-го компонента десорбированной из УДП газовой смеси, ограниченной линией фона этого компонента.

Выражение (см. выше) дает объемную концентрацию газов, десорбированных из УДП массой 100 г. Значения концентраций пересчитываются также в других размерностях (г/100 г; % весовых и % объемных).

Определение коэффициентов чувствительности масс-спектрометра к анализируемым газам осуществляется по методике измерения количества электричества, получаемого на коллекторе анализатора при перепускании через источник ионов калибровочной смеси, отсекаемой в калибровочном объеме V при давлении P и температуре T. При этом натекание калибровочных газов происходит через диафрагму при помощи электромагнитных клапанов, управляемых от ПЭВМ. Коэффициенты чувствительности рассчитываются по выражению:

$$S_k = \frac{22414 \cdot P_k \cdot V \cdot \alpha}{A_k R_0 \cdot (273 + t)},$$

где P_k – парциальное давление компонентов калибровочной смеси; V – объем калибровочной емкости; α – температурный коэффициент – $273/(273+t)$; R_0 – универсальная газовая постоянная; A_k – площадь под кинетической кривой истекания k-го компонента калибровочной смеси, которая определяется по формуле:

$$A_k = \sum_{i=1}^{m} \frac{1}{2R} (U_{ki} + U_{k(i+1)} - 2U_{ki}) \Delta t_{ki},$$

где R – входное сопротивление электрометра масс-спектрометра; U_{ki}, $U_{k(i+1)}$ – значения интенсивностей k-го компонента при i-ом и i+1-измерениях; m – количество измерений; Δt_k – время i-го измерения k-го компонента калибровочной смеси; U_{ki} – значение уровня фона k-го компонента смеси.

Коэффициенты чувствительности масс-спектрометра к компонентам газовой смеси устанавливаются как среднее из трех измерений.

Программа "Спектрграф" представляет собой SDI (Single Document Interface) – приложение с классическим для Windows пользовательским интерфейсом. Процесс настройки и ввод исходных параметров процессов калибровки и снятия масс-спектров осуществлен в виде мастера "Wizard", т.е. набора свойств с последовательным набором страниц, которые пользователь может переключать.

Порядок работы программы (рисунок) следующий: у пользователя запрашивается способ ввода данных (с масс-спектрометра, либо с клавиатуры). Далее происходит загрузка параметров анализируемых веществ и калибровочных систем из специализированных файлов. Эти файлы генерируются при первом запуске программы с минимально необходимым набором информации. Программа снабжена встроенным редактором, который позволяет как изменять параметры уже существующих компонент, так и создавать их, с последующим сохранением и автозагрузкой при запуске.

Если выбран вариант ввода информации с клавиатуры, то программа формирует пустую таблицу, куда пользователю необходимо ввести соответствующие данные. Этот режим работы необходим для работы с данными ранее проведенных экспериментов.

Если выбран вариант ввода информации с масс-спектрометра, то у пользователя запрашивается набор веществ (т.е. массовых чисел), по которым будет проводиться анализ, и параметры этого анализа (темп нагрева образца, масса навески и т.д.).

Процесс снятия данных с масс-спектрометра реализован следующим образом: формируется массив массовых чисел, по которым необходимо провести анализ, при этом массив сортируется по возрастанию значений (это необходимо для более быстрой работы масс-спектрометра), после чего происходит снятие масс-спектра по сериям до достижения определенной температуры пробы, временной отметки, либо необходимого номера серии. В течение одной серии поочередно устанавливаются все массовые числа из массива и снимаются значения ионного тока, соответствующие им.

Обработанные данные предлагаются пользователю как в виде графических зависимостей (масс-спектр при определенной температуре, спектры выделившихся газов по температурной или вре-

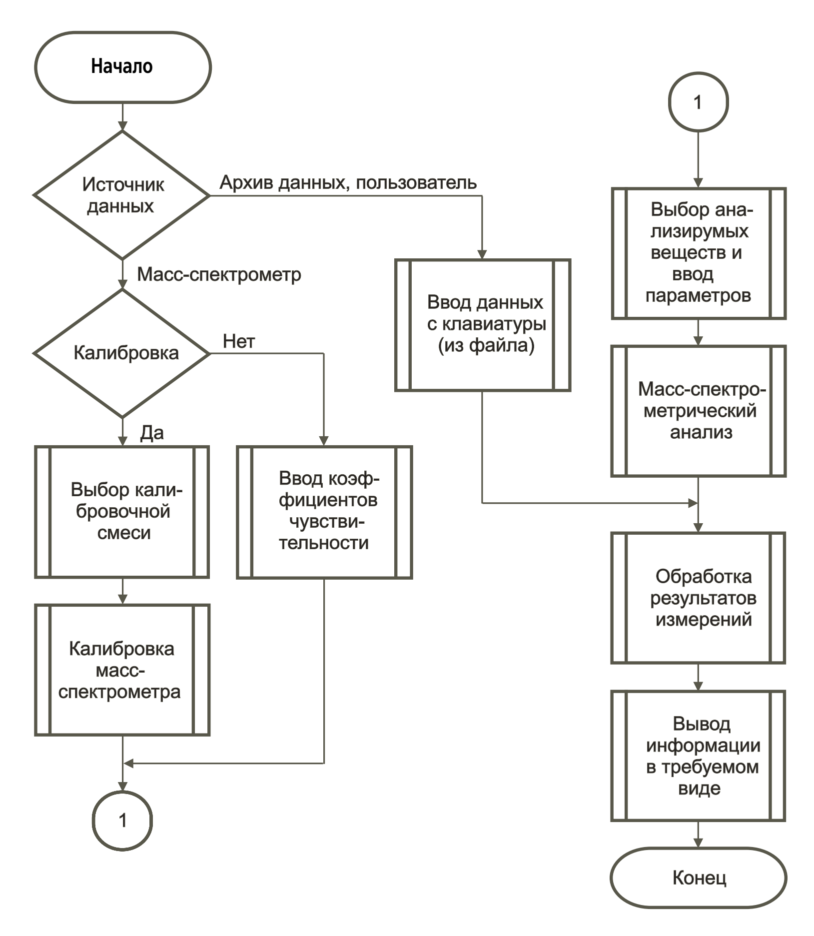


Рисунок. *Блок-схема алгоритма автоматизированных исследований процессов поверхностной термодесорбции методом масс-спектрометрии*

менной шкале), так и в виде таблиц. Полученную информацию можно сохранять в специализированных файлах; графики могут быть сохранены также в формате *.jpg.

Если рассматривать сопряжение программного обеспечения с аппаратным, программа состоит из двух программных слоев: непосредственно приложения, которое обрабатывает и выводит пользователю информацию, и драйвера, работающего напрямую с аппаратным обеспечением. Изначально программа была составлена для операционной системы Windows NT, но она может быть использована и в других операционных системах семейства Windows путем замены драйвера.

Программное обеспечение написано на языке программирования C++. Для его создания использовался компилятор Visual C++ 6.0, который представляет собой мощный и сложный инструмент для создания 32-разрядных приложений Windows 95 и Windows NT. Включенная в состав Visual C++ 6.0 и использованная при создании программы "Спектрграф" библиотека классов Microsoft Foundation Classes (MFC) уже стала фактически стандартом для разработчиков компиляторов на языке C++, а визуальные средства разработки интерфейса пользователя значительно упрощают процесс компоновки разнообразных меню и диалоговых окон.

Визуализация данных в программе осуществлена при помощи Objective Chart 6.0 (графики) и Objective Grid 7.0. Для написания драйвера использовался Driver Agent 3.0.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Власов В.А. Применение метода термодесорбционной масс-спектрометрии для изучения процессов газовыделения из порошков неорганических материалов // Известия вузов. Сер. Физика. – 2000. – № 5. – С. 142–146.
2. Побережников А.Д., Власов В.А., Савостиков Д.В. Программное обеспечение для автоматизированного диагностического масс-спектрометрического комплекса // Современные техника и технологии: Труды VIII Международной научно-практ. конф. студентов, аспирантов и молодых ученых. – 8–12 апреля 2002. – Томск: Изд-во ТПУ, 2002. – С. 184–185.